



REC'D 14 JUL 2004

WIPO PCT

EP04/6297

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 28 715.9

**Anmeldetag:** 25. Juni 2003

**Anmelder/Inhaber:** BASF Aktiengesellschaft,  
67063 Ludwigshafen/DE

**Bezeichnung:** Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer  
Verbindung, die mindestens zwei funktionelle  
Gruppen trägt

**IPC:** C 07 B, B 01 J, B 01 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 15. April 2004  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
im Auftrag

Siech

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

## Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, umfassend die Schritte
- a) Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionellen Gruppen enthaltenden Verbindung gemäß a1) erforderlichen funktionellen Gruppen tragen, in Gegenwart eines als Katalysator für diese Addition geeigneten, bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung gemäß a3) unter Erhalt einer Mischung, enthaltend
- a1) eine durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,
- a2) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und
- a3) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung
- b) Destillation der in Schritt a) erhaltenen Mischung unter Erhalt
- b1) der durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltenen Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, als Kopfprodukt und
- b2) einer Mischung enthaltend
- b2a) durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,
- b2b) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und
- b2c) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung,
- c) Auftrennung der gesamten in Schritt b2) erhaltenen Mischung oder eines Teils davon mittels einer semipermeablen Membran unter Erhalt eines Permeats und eines Retentats derart, daß das Gewichts-Verhältnis der

## 2

Komponente b2b) zur Komponente b2c) in der Schritt c) zugeführten Mischung b2) kleiner ist als im Retentat,

d) das in Schritt c) erhaltene Permeat teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt

und

e) den nicht gemäß c) aufgetrennten Teil der in Schritt b2) erhaltenen Mischung teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei man zwischen den Schritten a) und b) die Verbindung gemäß a1) in der in Schritt a) erhaltenen Mischung hydriert unter Erhalt einer gesättigten Verbindung.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei man als terminale Olefine zwei Olefine einsetzt, die unabhängig voneinander die Formel  $H_2C=CHR^1$  aufweisen, in der  $R^1$  für eine Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, steht.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, wobei man die Addition gemäß Schritt a) in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung, die Rhodium, Ruthenium, Palladium oder Nickel enthält, als Katalysator durchführt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, wobei man die Addition gemäß Schritt a) in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung als Katalysator durchführt.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 5, wobei man die Hydrierung zwischen den Schritten a) und b) in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung, die Rhodium, Ruthenium, Palladium oder Nickel enthält, als Katalysator durchführt.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 5, wobei man die Hydrierung zwischen den Schritten a) und b) in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung, die Rhodium enthält, als Katalysator durchführt.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 7, wobei man bei der Addition gemäß Schritt a) und der Hydrierung zwischen den Schritten a) und b) die gleiche Verbindung als Katalysator einsetzt.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, wobei man die Addition gemäß Schritt a) oder die Hydrierung oder beides in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung der Formel

5

$[L^1RhL^2L^3R]^+X^-$  als Katalysator durchführt, worin

$L^1$  ein anionischer Pentahapto-Ligand ist;

$L^2$  für einen neutralen 2-Elektronendonator steht;

$L^3$  für einen neutralen 2-Elektronendonator steht;

10

R ausgewählt wird aus der Gruppe, bestehend aus H,  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkyl-,  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl- und  $C_7$ - $C_{10}$ -Aralkyl-Liganden

$X^-$  für ein nichtkoordinierendes Anion steht;

und worin zwei oder drei von  $L^2$ ,  $L^3$  und R gegebenenfalls verbunden sind.

15

10. Verfahren nach Anspruch 9, worin  $L^1$  Pentamethylcyclopentadienyl ist.

11. Verfahren nach den Ansprüchen 9 und 10, worin  $X^-$  ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus  $BF_4^-$ ,  $B(\text{perfluorphenyl})_4^-$ ,  $B(3,5\text{-bis(trifluormethyl)-phenyl})_4^-$ ,  $Al(OR^F)_4^-$  wobei  $R^F$  für gleiche oder unterschiedliche teilfluorierte oder perfluorierte aliphatische oder aromatische Reste steht.

20

12. Verfahren nach Anspruch 9 bis 11, wobei  $L^2$  und  $L^3$  unabhängig voneinander ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus  $C_2H_4$ ,  $CH_2=CHCO_2Me$ ,  $P(OMe)_3$  und  $MeO_2C-(C_4H_6)-CO_2Me$ .

25

13. Verfahren nach den Ansprüchen 9 bis 11, wobei  $L^2$  und  $L^3$  zusammen ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Acrylnitril und 5-Cyanopentensäureester.

30

14. Verfahren nach den Ansprüchen 9 bis 12, wobei  $L^2$  und R zusammen  $-CH_2-CH_2CO_2Me$  darstellen.

15. Verfahren nach den Ansprüchen 9 bis 12 oder 14, wobei  $L^2$ ,  $L^3$  und R zusammen  $MeO_2C(CH_2)_2-(CH)-(CH_2)CO_2Me$  darstellen.

35

16. Verfahren nach Anspruch 9, wobei man die Addition gemäß Schritt a) oder die Hydrierung oder beides durchführt in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung als Katalysator, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus

40

- [Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
5 [Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
10 [Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>, [Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
15 [Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup> und  
[Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,

20 wobei R<sup>F</sup> für gleiche oder unterschiedliche teilfluorierte oder perfluorierte aliphatische oder aromatische Reste steht.

17. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 16, wobei man die Hydrierung bei einem Wasserstoff-Partialdruck im Bereich von 10 bis 20000 kPa durchführt.
- 25 18. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 17, wobei man die Hydrierung bei einer durchschnittlichen mittleren Verweilzeit der monoolefinisch ungesättigten Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, im Bereich von 0,1 bis 30 100 Stunden beträgt.
19. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 18, wobei man die in der Addition gemäß Schritt a) erhaltene Mischung ohne Abtrennung der als Katalysator eingesetzten, Rhodium enthaltenden Verbindung einer Hydrierung gemäß den Ansprüchen 1 35 bis 18 zuführt.
20. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 19, wobei man die Destillation gemäß Schritt b) bei einer Temperatur im Bereich von 50 bis 200°C durchführt.

## 5

21. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 20, wobei man die Destillation gemäß Schritt b) bei einer durchschnittlichen mittleren Verweilzeit im Bereich von 1 bis 45 Minuten durchführt.
- 5 22. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 21, wobei man die Destillation gemäß Schritt b) bei einem Druck im Bereich von 0,5 bis 500 mbar durchführt.
23. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 22, wobei man eine Membran enthaltend im wesentlichen ein oder mehrere organische oder anorganische Materialien.
- 10 24. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 23, wobei die mittlere durchschnittliche Porengröße der Membran im Bereich von 0,9 bis 50 nm im Falle von anorganischen Membranen beträgt.
- 15 25. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 23, wobei die mittlere durchschnittliche Trenngrenze der Membran im Bereich von 500 bis 100000 Dalton im Falle von organischen Membranen beträgt.
- 20 26. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 25, wobei das Verhältnis des Drucks auf der Retentatseite der Membran zu dem Druck auf der Permeatseite der Membran im Bereich von 2 bis 100 liegt.
- 25 27. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 26, wobei man auf der Retentatseite der Membran einen Druck im Bereich von 0,1 bis 10 MPa anwendet.
28. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 27, wobei man auf der Permeatseite der Membran einen Druck im Bereich von 1 bis 1000 kPa anwendet.
- 30 29. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 28, wobei man die Membrantrennung bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 150°C durchführt.
30. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 29, wobei man die in Schritt b) als b1) erhaltene Komponente hydriert unter Erhalt einer gesättigten Verbindung.

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen trägt

Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, umfassend die Schritte

10

a) Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionellen Gruppen enthaltenden Verbindung gemäß a1) erforderlichen funktionellen Gruppen tragen, in Gegenwart eines als Katalysator für diese Addition geeigneten, bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung gemäß a3) unter Erhalt einer Mischung, enthaltend

15

a1) eine durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,

20

a2) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und

a3) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung

25

b) Destillation der in Schritt a) erhaltenen Mischung unter Erhalt

b1) der durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltenen Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, als Kopfprodukt und

30

b2) einer Mischung enthaltend

b2a) durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,

35

b2b) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und

b2c) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung,

40

c) Auftrennung der gesamten in Schritt b2) erhaltenen Mischung oder eines Teils davon mittels einer semipermeablen Membran unter Erhalt eines Permeats und

eines Retentats derart, daß das Gewichts-Verhältnis der Komponente b2b) zur Komponente b2c) in der Schritt c) zugeführten Mischung b2) kleiner ist als im Retentat,

- 5 d) das in Schritt c) erhaltene Permeat teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt

und

- 10 e) den nicht gemäß c) aufgetrennten Teil der in Schritt b2) erhaltenen Mischung teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt.

15 Zahlreiche Verbindungen, die zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, tragen, haben eine große technische Bedeutung.

20 So stellen beispielsweise Adipinsäure oder deren Derivate wichtige Ausgangsverbindungen zur Herstellung technisch bedeutsamer Polymere, wie Polyamid 6 oder Polyamid 66, dar.

25 Solche Verbindungen können beispielsweise erhalten werden durch Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionelle Gruppen enthaltenden monoolefinisch ungesättigten Verbindung erforderlichen funktionellen Gruppen tragen.

30 So kann Hexendisäurediester durch Addition von Acrylsäureester in Gegenwart entsprechender Katalysatorsysteme, insbesondere homogener, Rhodium enthaltender Katalysatorsysteme, hergestellt werden, wie dies beispielsweise in J. Organomet. Chem. 1987, 320, C56, US 4,451,665, FR 2,524,341, US 4,889,949, Organometallics, 1986, 5, 1752, J. Mol. Catal. 1993, 85, 149, US 4,594,447, Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 1988, 27, 185, US 3,013,066, US, 4,638,084, EP-A-475 386, JACS 1991, 113, 2777-2779, JACS 1994, 116, 8038-8060 beschrieben ist.

35 Bei einer solchen Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionelle Gruppen enthaltenden monoolefinisch ungesättigten Verbindung erforderlichen funktionellen Gruppen tragen, werden monoolefinisch ungesättigte Verbindungen erhalten, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe tragen. Durch Hydrierung können  
40



aus solchen monoolefinisch ungesättigten Verbindungen die entsprechenden gesättigten Verbindungen erhalten werden.

5 Für ein technisch durchführbares und wirtschaftliches Verfahren ist es wünschenswert, die Herstellung von Verbindungen, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, tragen, kontinuierlich durchführen zu können. Solche Verfahren sind aus dem Stand der Technik nicht bekannt.

10

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren bereitzustellen, das die kontinuierliche Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, auf technisch einfache und wirtschaftliche Weise ermöglicht.

15

Demgemäß wurde das eingangs definierte Verfahren gefunden.

20

Die im Sinne der vorliegenden Erfindung als Katalysator bezeichneten Strukturen beziehen sich auf die Verbindungen, die als Katalysator eingesetzt werden; die Strukturen der unter den jeweiligen Reaktionsbedingungen katalytisch aktiven Spezies können sich hiervon unterscheiden, werden aber von dem genannten Begriff „Katalysator“ mit umfasst.

25

Erfindungsgemäß erhält man gemäß Schritt a) durch Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionellen Gruppen enthaltenden Verbindung gemäß a1) erforderlichen funktionellen Gruppen tragen, in Gegenwart einer als Katalysator für diese Addition geeigneten, bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung gemäß a3) eine Mischung, enthaltend

30

- a1) eine durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,
- 35 a2) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und
- a3) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung wird unter einer Verbindung a1) eine einzige solche Verbindung oder ein Gemisch solcher Verbindungen verstanden.

5 Im Sinne der vorliegenden Erfindung wird unter einer Verbindung a2) eine einzige solche Verbindung oder ein Gemisch solcher Verbindungen verstanden.

Im Sinne der vorliegenden Erfindung wird unter einer Verbindung a3) eine einzige solche Verbindung oder ein Gemisch solcher Verbindungen verstanden.

10 Vorteilhaft kann man als terminale Olefine zwei gleiche oder unterschiedliche, vorzugsweise gleiche, Olefine einsetzen, die unabhängig voneinander die Formel  $H_2C=CHR^1$  aufweisen, in der  $R^1$  für eine Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe oder Carbonsäureamidgruppe, vorzugsweise Carbonsäureestergruppe oder Nitrilgruppe, steht.

15 Im Falle der Carbonsäureestergruppe kommen vorteilhaft Ester von aliphatischen, aromatischen oder heteroaromatischen Alkoholen, insbesondere aliphatischen Alkoholen in Betracht. Als aliphatische Alkohole können vorzugsweise  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkanole, insbesondere  $C_1$ - $C_4$ -Alkanole, wie Methanol, Ethanol, i-Propanol, n-Propanol, n-Butanol, i-Butanol, s-Butanol, t-Butanol, besonders bevorzugt Methanol eingesetzt werden.

20 Die Carbonsäureamidgruppen können N- oder N,N-substituiert sein, wobei die N,N-Substitution gleich oder unterschiedlich, vorzugsweise gleich sein kann. Als Substituenten können vorzugsweise aliphatische, aromatische oder heteroaromatische Substituenten in Betracht, insbesondere aliphatische Substituenten, besonders bevorzugt  $C_1$ - $C_4$ -Alkylreste, wie Methyl, Ethyl, i-Propyl, n-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, s-Butyl, t-Butyl, besonders bevorzugt Methyl eingesetzt werden.

30 In einer vorteilhaften Ausführungsform kann man als terminales Olefin mit funktioneller Gruppe Acrylsäure oder deren Ester einsetzen. Die Herstellung von Acrylsäure, beispielsweise durch Gasphasenoxidation von Propen oder Propan in Gegenwart heterogener Katalysatoren, und die Herstellung von Acrylsäureestern, beispielsweise durch Veresterung von Acrylsäure mit den entsprechenden Alkoholen in Gegenwart homogener Katalysatoren, wie p-Toluolsulfonsäure, sind an sich bekannt.

35 Üblicherweise werden Acrylsäure bei der Lagerung oder der Verarbeitung ein oder mehrere Stabilisatoren zugesetzt, die beispielsweise die Polymerisation oder die Zersetzung der Acrylsäure vermeiden oder reduzieren, wie p-Methoxy-Phenol oder 4-Hydroxy-2,2,4,4-tetramethyl-piperidin-N-oxid („4-Hydroxy-TEMPO“).

40

Solche Stabilisatoren können vor dem Einsatz der Acrylsäure oder deren Ester in dem Additionsschritt teilweise oder vollständig entfernt werden. Die Entfernung des Stabilisators kann nach an sich bekannten Verfahren, wie Destillation, Extraktion oder Kristallisation, erfolgen.

5

Solche Stabilisatoren können in der Acrylsäure oder deren Ester in der zuvor eingesetzten Menge verbleiben.

10

Solche Stabilisatoren können der Acrylsäure oder deren Ester vor der Additionsreaktion zugesetzt werden.

Setzt man unterschiedliche Olefine ein, so werden bei der Addition üblicherweise Mischungen der verschiedenen möglichen Additionsprodukte erhalten.

15

Setzt man ein Olefin ein, so wird bei der Addition, die in diesem Fall üblicherweise als Dimerisierung bezeichnet wird, ein Additionsprodukt erhalten. Aus wirtschaftlichen Gründen ist diese Alternative meist bevorzugt.

20

In einer bevorzugten Ausführungsform kommt als monoolefinisch ungesättigte Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, Hexendisäurediester, insbesondere Hexendisäuredimethylester, in Betracht unter Erhalt von Adipinsäurediester, insbesondere Adipinsäuredimethylester, durch Hydrierung.

25

Aus Adipinsäurediester, insbesondere Adipinsäuredimethylester kann Adipinsäure durch Spaltung der Estergruppe erhalten werden. Hierzu kommen an sich bekannte Verfahren zur Spaltung von Estern in Betracht.

30

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kommt als monoolefinisch ungesättigte Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, Butendinitril in Betracht unter Erhalt von Adipodinitril durch Hydrierung.

35

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kommt als monoolefinisch ungesättigte Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, 5-Cyanopentensäureester, insbesondere 5-Cyanopentensäuremethylester, in Betracht unter Erhalt von 5-

40

Cyanovaleriansäureester, insbesondere 5-Cyanovaleriansäuremethylester, durch Hydrierung.

5 Die genannte Addition zweier terminaler Olefine unter Erhalt der Mischung gemäß Schritt a) kann nach an sich bekannten Verfahren erfolgen, wie sie beispielsweise in J. Organomet. Chem. 1987, 320, C56, US 4,451,665, FR 2,524,341, US 4,889,949, Organometallics, 1986, 5, 1752, J. Mol. Catal. 1993, 85, 149, US 4,594,447, Angew. Chem. Int. Ed. Engl., 1988, 27, 185, US 3,013,066, US, 4,638,084, EP-A-475 386, JACS 1991, 113, 2777-2779, JACS 1994, 116, 8038-8060 beschrieben sind.

10

Die Additionsreaktion kann teilweise oder vollständig erfolgen. Demgemäß kann bei teilweisem Umsatz die Reaktionsmischung nicht umgesetztes Olefin enthalten.

15

Die Additionsreaktion kann vorteilhaft in Gegenwart von Wasserstoff durchgeführt werden. Dabei hat sich ein Wasserstoffdruck im Bereich von 0,1 bis 1 MPa als vorteilhaft erwiesen.

20

Die Addition kann vorteilhaft in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung, die Rhodium, Ruthenium, Palladium oder Nickel, vorzugsweise Rhodium enthält, als Katalysator durchgeführt werden.

25

In einer bevorzugten Ausführungsform kann die in Schritt a) erhaltene Mischung zwischen den Schritten a) und b) hydriert werden unter Erhalt einer gesättigten Verbindung.

30

Die Hydrierung kann vorteilhaft in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung heterogenen Substanz als Katalysator durchgeführt werden.

Als heterogene Katalysatoren kommen vorzugsweise solche in Betracht, die als katalytische aktive Komponente ein Edelmetall der Gruppe 8 des Periodensystems der Elemente, wie Palladium, Ruthenium, Rhodium, Iridium, Platin, Nickel, Cobalt, Kupfer, vorzugsweise Palladium, enthalten.

35

Diese Metalle können in ungeträgerter Form, beispielsweise als Suspensionskatalysatoren, vorzugsweise im Falle von Nickel oder Cobalt eingesetzt werden.

40

Diese Metalle können in geträgerter Form, beispielsweise auf Aktivkohle, Metalloxide, Übergangsmetalloxide, insbesondere Aluminiumoxid, Siliziumdioxid, vorzugsweise als Festbettkatalysatoren, eingesetzt werden.

Die Hydrierung kann vorteilhaft in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung, die Rhodium, Ruthenium, Palladium oder Nickel, vorzugsweise Rhodium enthält, als Katalysator durchgeführt werden.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform kann Schritt a) in Gegenwart der gleichen, bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung als Katalysator durchgeführt werden wie diese Hydrierung der gemäß Schritt a) erhaltenen Mischung.
- 10 In einer besonders bevorzugten Ausführungsform kann man diese Hydrierung der gemäß Schritt a) erhaltenen Mischung durchführen ohne eine Abtrennung oder Abreicherung der in Schritt a) eingesetzten homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung.

15 Diese Verfahrensweise stellt gegenüber dem Stand der Technik einen großen Vorteil dar, da eine Aufarbeitung des bei der genannten Additionsreaktion erhaltenen Reaktionsaustrags entfällt. In einer insbesondere bevorzugten Ausführungsform kann die in Schritt a) erhaltene Mischung ohne Aufarbeitungsschritt in diese Hydrierung überführt werden.

- 20 Dies kann beispielsweise durch Überführung der in Schritt a) erhaltenen Mischung aus der Reaktionsapparatur in eine weitere, für die Hydrierung vorgesehene Apparatur erfolgen, also durch eine räumliche Trennung von Schritt a) und Hydrierung. So kann beispielsweise Schritt a) in einem Reaktor, wie einem Rührkessel, einer Rührkesselkaskade, oder einem Strömungsrohr oder in einer Kombination einer dieser Reaktorarten
- 25 mit einem weiteren für die Hydrierung geeigneten Reaktor durchgeführt werden.

Dies kann beispielsweise erfolgen, indem man Schritt a) und Hydrierung nacheinander in dem gleichen Apparat durchführt, also durch eine zeitliche Trennung von Schritt a) und Hydrierung.

30

Vorzugsweise kann man die Addition gemäß Schritt a) oder die Hydrierung oder beides in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung der Formel  $[L^1RhL^2L^3R]^+X^-$  als Katalysator durchführen, worin

- 35  $L^1$  ein anionischer Pentahapto-Ligand, vorzugsweise Pentamethylcyclopentadienyl, ist;
- $L^2$  für einen neutralen 2-Elektronendonator steht;
- $L^3$  für einen neutralen 2-Elektronendonator steht;
- R ausgewählt wird aus der Gruppe, bestehend aus H,  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkyl-,  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl- und  $C_7$ - $C_{10}$ -Aralkyl-Liganden
- 40

- X<sup>-</sup> für ein nichtkoordinierendes Anion steht vorzugsweise für eine solches aus der Gruppe bestehend aus BF<sub>4</sub><sup>-</sup>, B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>, B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>, Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup> wobei R<sup>F</sup> für gleiche oder unterschiedliche teilfluorierte oder perfluorierte aliphatische oder aromatische Reste, insbesondere für Perfluor-isopropyl oder Perfluor-tert.-butyl, steht; und
- 5 und worin zwei oder drei von L<sup>2</sup>, L<sup>3</sup> und R gegebenenfalls verbunden sind.
- 10 In einer bevorzugten Ausführungsform können L<sup>2</sup> und L<sup>3</sup> unabhängig voneinander ausgewählt sein aus der Gruppe bestehend aus C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>, CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me, P(OMe)<sub>3</sub> und MeO<sub>2</sub>C-(C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>)-CO<sub>2</sub>Me.
- 15 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können L<sup>2</sup> und L<sup>3</sup> miteinander verbunden sein. In diesem Fall können L<sup>2</sup> und L<sup>3</sup> zusammen insbesondere Acrylnitril oder 5-Cyanopentensäureester darstellen.
- 20 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können L<sup>2</sup> und R miteinander verbunden sein. In diesem Fall können L<sup>2</sup> und R zusammen insbesondere -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me darstellen.
- 25 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform können L<sup>2</sup>, L<sup>3</sup> und R miteinander verbunden sein. In diesem Fall können L<sup>2</sup>, L<sup>3</sup> und R zusammen insbesondere MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me darstellen.
- 30 In einer insbesondere bevorzugten Ausführungsform kann man die Addition gemäß Schritt a) oder die Hydrierung oder beides durchführen in Gegenwart einer bezüglich der Reaktionsmischung homogenen, Rhodium enthaltenden Verbindung als Katalysator ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus
- 35 [Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> BF<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
40 [Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> B(3,5-bis(trifluormethyl)-phenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup> und

- [Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> B(perfluorphenyl)<sub>4</sub><sup>-</sup>  
[Cp\*Rh(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>H]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(P(OMe)<sub>3</sub>)(CH<sub>2</sub>=CHCO<sub>2</sub>Me)(Me)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,  
[Cp\*Rh(-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>CO<sub>2</sub>Me)(P(OMe)<sub>3</sub>)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup> und  
5 [Cp\*Rh(MeO<sub>2</sub>C(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-(CH-)-(CH<sub>2</sub>)CO<sub>2</sub>Me)]<sup>+</sup> Al(OR<sup>F</sup>)<sub>4</sub><sup>-</sup>,

wobei R<sup>F</sup> für gleiche oder unterschiedliche teilfluorierte oder perfluorierte aliphatische oder aromatische Reste, insbesondere für Perfluor-iso-propyl oder Perfluor-tert.-butyl steht.

10

Solche Katalysatoren und ihre Herstellung kann nach an sich bekannten Verfahren erfolgen, wie sie beispielsweise in EP-A-475 386, JACS 1991, 113, 2777-2779, JACS 1994, 116, 8038-8060 beschrieben sind.

15

Die Hydrierung kann derart durchgeführt werden, daß die monoolefinisch ungesättigte Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, zu einer gesättigten Verbindung unter Erhalt der genannten funktionellen Gruppen umgesetzt wird. Diese Hydrierung kann  
20 vorteilhaft bei einem Wasserstoff-Partialdruck im Bereich von 0,01 bis 20 MPa durchgeführt werden. Bei der Hydrierung hat sich eine durchschnittliche mittlere Verweilzeit der monoolefinisch ungesättigten Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, im Bereich von 0,1 bis 100 Stunden als vorteilhaft erwiesen. Weiterhin kommt für die Hydrierung vorzugsweise eine Temperatur im Bereich von 30°C bis 160°C in Betracht.

25

30

Die Hydrierung kann derart durchgeführt werden, daß die monoolefinisch ungesättigten Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, zu einer gesättigten Verbindung unter Hydrierung mindestens einer, vorzugsweise aller der genannten funktionellen Gruppen, besonders bevorzugt einer oder mehrerer Gruppen, ausgewählt aus Carbonsäuregruppe und Carbonsäureestergruppe, insbesondere Carbonsäureestergruppe, umgesetzt wird, insbesondere unter Umwandlung der genannten Gruppe oder Gruppen in eine oder mehrere Gruppen der Struktur -CH<sub>2</sub>OH. Diese Hydrierung kann vorteilhaft  
35 bei einem Wasserstoff-Partialdruck im Bereich von 10 bis 30 MPa durchgeführt werden. Bei der Hydrierung hat sich eine durchschnittliche mittlere Verweilzeit der monoolefinisch ungesättigten Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbon-  
40

säuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, im Bereich von 0,1 bis 100 Stunden als vorteilhaft erwiesen. Weiterhin kommt für die Hydrierung vorzugsweise eine Temperatur im Bereich von 200°C bis 350°C in Betracht.

- 5 Die Vorteile der Hydrierung zwischen den Schritten a) und b) kommen besonders zum Tragen, wenn man mindestens 0,5 %, vorzugsweise mindestens 1 %, insbesondere mindestens 5 % der eingesetzten monoolefinisch ungesättigten Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, zu einer gesättigten Verbindung, die die gleichen mindestens zwei funktionellen Gruppen trägt, hydriert.

- 10 Erfindungsgemäß führt man die in Schritt a) erhaltene Mischung, gegebenenfalls nach einer Hydrierung zwischen den Schritten a) und b), einem Schritt b) zu, in dem man die Mischung destilliert unter Erhalt

- 15 b1) der durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltenen Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, als Kopfprodukt und
- 20 b2) einer Mischung enthaltend
- b2a) durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,
- 25 b2b) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und
- b2c) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung.

30

Die Destillation gemäß Schritt b) kann man vorteilhaft bei einer Sumpftemperatur im Bereich von 50 bis 200°C, vorzugsweise 60 bis 160°C, insbesondere 70 bis 150°C durchführen.

- 35 Hierbei kommen Drücke, gemessen im Sumpf der Destillationsvorrichtung, im Bereich von 0,05 bis 50 kPa, vorzugsweise 0,1 bis 10 kPa, insbesondere 0,2 bis 6 kPa in Betracht.



Dabei haben sich durchschnittliche mittlere Verweilzeiten im Bereich von 1 bis 45 Minuten, vorzugsweise 5 bis 35 Minuten, insbesondere 10 bis 25 Minuten als vorteilhaft erwiesen.

- 5 Für die Destillation kommen hierfür übliche Apparaturen in Betracht, wie sie beispielsweise in: Kirk-Othmer, Encyclopedia of Chemical Technology, 3.Ed., Vol. 7, John Wiley & Sons, New York, 1979, Seite 870-881 beschrieben sind, wie Siebbodenkolonnen, Glockenbodenkolonnen, Packungskolonnen, Füllkörperkolonnen, Dualflowbodenkolonnen, Ventilbodenkolonnen oder einstufige Verdampfer, wie Fallfilmverdampfer,  
10 Dünnschichtverdampfer oder Flashverdampfer.

Die Destillation kann man in mehreren, wie 2 oder 3 Apparaturen, vorteilhaft einer einzigen Apparatur durchführen.

- 15 Die als Kopfprodukt b1) erhaltene Komponente kann, wenn gewünscht, nach an sich bekannten Verfahren aufgearbeitet oder weiterverarbeitet werden.

- Wurde als Kopfprodukt eine ungesättigte Verbindung erhalten, so kann diese nach an sich bekannten Verfahren zu einer gesättigten Verbindung hydriert werden. So kann  
20 beispielsweise eine ungesättigte Dicarbonsäure oder deren Ester, wie Diester, beispielsweise Butendicarbonsäure oder deren Mono- oder Diester, zu der entsprechenden gesättigten Dicarbonsäure oder deren Ester, wie Diester, beispielsweise Adipinsäure oder deren Mono- oder Diester, oder zu dem entsprechenden, insbesondere gesättigten Alkohol, beispielsweise Hexan-1,6-diol, umgesetzt werden.

- 25 Wurde als Kopfprodukt b1) ein Diester, wie Adipinsäurediester oder Butendicarbonsäurediester, erhalten, so kann dieser beispielsweise vorteilhaft mit einer terminal ungesättigten Carbonsäure, wie Acrylsäure, umgesetzt werden unter Erhalt einer Dicarbonsäure, wie Butendicarbonsäure oder Adipinsäure, und dem entsprechenden Ester der terminal ungesättigten Carbonsäure. Solche Verfahren sind beispielsweise in der deutschen Anmeldung 10240781.9 beschrieben.  
30

- Erfindungsgemäß erfolgt in Schritt c) eine Auftrennung der in Schritt b2) erhaltenen Mischung mittels einer semipermeablen Membran unter Erhalt eines Permeats und  
35 eines Retentats, derart, daß das Gewichts-Verhältnis der Komponente b2b) zur Komponente b2c) in der Schritt c) zugeführten Mischung b2) kleiner ist als im Retentat.

- Als semipermeable Membranen kommen vorzugsweise solche in Betracht, die für Komponente b2c) eine höhere Durchlässigkeit aufweisen als für Komponente b2b).  
40

## 12

Weiterhin kommen als semipermeable Membranen vorzugsweise solche in Betracht, die für Komponente b2a) eine höhere Durchlässigkeit aufweisen als für Komponente b2b).

- 5 Eine Trennschicht der semipermeablen Membranen kann eines oder mehrere organische oder anorganische Materialien enthalten, insbesondere ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus organisches Polymer, keramische Materialien, Metalle und Kohlenstoff oder deren Kombinationen. Sie sollten bei der Filtrationstemperatur im Feedmedium stabil sein.

10

Als Keramik kommen vorzugsweise alpha-Aluminiumoxid, Zirkoniumoxid, Titandioxid, Siliziumcarbid oder gemischte keramische Werkstoffe in Betracht.

15

Als organisches Polymer kann man vorteilhaft Polypropylen, Polytetrafluorethylen, Polyvinylidendifluorid, Polysulfon, Polyethersulfon, Polyetherketon, Polyamid, Polyimid, Polyacrylnitril, Regeneratcellulose oder Silikon einsetzen.

20

Aus mechanischen Gründen sind die Trennschichten in der Regel auf einer ein- oder mehrschichtigen porösen Unterstruktur aus dem gleichen oder einem anderen Material wie die Trennschicht aufgebracht. Die Unterschicht ist im allgemeinen grobporiger als die Trennschicht. Beispiele für vorteilhafte Materialkombinationen sind in der folgenden Tabelle aufgeführt:

Trennschicht	Unterschicht
Metall	Metall
Keramik	Metall, Keramik oder Kohlenstoff
Polymer	Polymer, Metall, Keramik oder Keramik auf Metall
Kohlenstoff	Kohlenstoff, Metall oder Keramik

25

Die mittlere durchschnittliche Porengröße der Membran sollte vorteilhaft im Bereich von 0,9 bis 50 nm, insbesondere 3 bis 20 nm im Falle von anorganischen Membranen betragen. Die Trenngrenzen sollten bevorzugt im Bereich von 500 bis 100000 Dalton, insbesondere im Bereich von 2000 bis 40000 Dalton im Falle von organischen Membranen liegen.

30

Die Membranen können in verschiedenen Geometrien, wie Flach-, Rohr-, Multikanalelement-, Kapillar- oder Wickelgeometrie, eingesetzt werden, für die entsprechende Druckgehäuse, die eine Trennung zwischen Retentat und Permeat erlauben, verfügbar sind.

35

## 13

Die optimalen transmembranen Drücke sind im wesentlichen abhängig vom Durchmesser der Membranporen, den hydrodynamischen Bedingungen, die den Deckschichtaufbau beeinflussen, und der mechanischen Stabilität der Membran bei der Filtrationstemperatur.

5

In einer bevorzugten Ausführungsform kann der transmembrane Druck im Bereich von 0,02 bis 10 MPa, insbesondere 0,1 bis 6 MPa betragen.

10

Das Verhältnis des Drucks auf der Retentatseite zu dem Druck auf der Permeatseite der Membran kann vorzugsweise im Bereich von 2 bis 100 liegen.

Auf der Retentatseite kann man vorteilhaft einen Druck im Bereich von 0,1 bis 10 MPa anwenden.

15

Auf der Permeatseite kann man vorteilhaft einen Druck im Bereich von 1 bis 1000 kPa anwenden.

20

Die Membrantrennung kann insbesondere bei einer Temperatur im Bereich von 0 bis 150°C durchgeführt werden.

25

Um einen nennenswerten Aufbau aus einer Deckschicht aus Komponente b) zu vermeiden, der zu einer deutlichen Abnahme des Permeatflusses führt, haben sich Umpumpen, mechanische Bewegung der Membran oder Rühraggregate zwischen den Membranen als nützlich erwiesen, insbesondere zur Erzeugung einer Relativgeschwindigkeit zwischen Membran und Suspension im Bereich von 0,1 bis 10 m/s.

Die Permeatflüsse sollten vorteilhaft im Bereich von 1 bis 50 kg/m<sup>2</sup>/h liegen.

30

Die Membrantrennung kann kontinuierlich erfolgen, beispielsweise durch einmaligen Durchgang durch eine oder mehrere nacheinandergeschaltete Membran-Trennstufen.

Die Membrantrennung kann diskontinuierlich erfolgen, beispielsweise durch mehrmaligen Durchgang durch die Membranmodule.

35

Bei der Membrantrennung können Hilfsstoffe eingesetzt werden. Hierbei hat sich bevorzugt der Einsatz von Komponente a) oder b1) als vorteilhaft erwiesen, insbesondere in dem Umfang, in dem Komponente a) oder b1) als Permeat abgezogen wird.

## 14

Aus dem Retentat kann dann Komponente a) oder b1) durch an sich bekannte Verfahren, beispielsweise durch Destillation, Extraktion, Membrantrennung, vorzugsweise durch Destillation, abgetrennt werden.

- 5 Hierzu kommen die bereits für Schritt b) beschriebenen Parameter und Apparaturen in Betracht.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann das in dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Permeat teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückgeführt werden.

10

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform kann die in der Destillation erfindungsgemäß erhaltene Mischung b2) ganz oder teilweise der erfindungsgemäßen Membrantrennung zugeführt werden. Der demgemäß anfallende Teilstrom, der nicht der erfindungsgemäßen Membrantrennung zugeführt wird, kann teilweise oder ganz, bevorzugt ganz, in Schritt a) zurückgeführt werden.

15

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen trägt

#### Zusammenfassung

5

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe, trägt, umfassend die Schritte

10

a) Addition zweier terminaler Olefine, die die zur Herstellung der mindestens zwei funktionellen Gruppen enthaltenden Verbindung gemäß a1) erforderlichen funktionellen Gruppen tragen, in Gegenwart eines als Katalysator für diese Addition geeigneten, bezüglich der Reaktionsmischung homogenen Verbindung gemäß a3) unter Erhalt einer Mischung, enthaltend

15

a1) eine durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,

20

a2) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und

a3) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung

25

b) Destillation der in Schritt a) erhaltenen Mischung unter Erhalt

b1) der durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltenen Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt, als Kopfprodukt und

30

b2) einer Mischung enthaltend

b2a) durch einfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung, die mindestens zwei funktionelle Gruppen, unabhängig voneinander ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Nitrilgruppe, Carbonsäuregruppe, Carbonsäureestergruppe, Carbonsäureamidgruppe trägt,

35

b2b) eine durch mehrfache Addition der genannten zwei terminalen Olefine erhaltene Verbindung und

b2c) die als Katalysator für diese Addition geeignete, bezüglich der Reaktionsmischung homogene Verbindung,

40

c) Auftrennung der gesamten in Schritt b2) erhaltenen Mischung oder eines Teils davon mittels einer semipermeablen Membran unter Erhalt eines Permeats und

## 2

eines Retentats derart, daß das Gewichts-Verhältnis der Komponente b2b) zur Komponente b2c) in der Schritt c) zugeführten Mischung b2) kleiner ist als im Retentat,

- 5 d) das in Schritt c) erhaltene Permeat teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt

und

- 10 e) den nicht gemäß c) aufgetrennten Teil der in Schritt b2) erhaltenen Mischung teilweise oder vollständig in Schritt a) zurückführt.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**